

УДК 001.4:389.1

ДЕРЖАВНИЙ МЕТРОЛОГІЧНИЙ НАГЛЯД. МІЖЛАБОРАТОРНИЙ ЕКСПЕРИМЕНТ – ОСНОВА ЄДНОСТІ ВИМІРЮВАНЬ

© Василь Друзюк, Ігор Сидорко, 2001

Львівський державний центр стандартизації, метрології та сертифікації Держстандарту України,
вул. Кн. Романа, 38, 79005, м. Львів, Україна

Розглянуто методологію проведення міжлабораторного експерименту в вимірювальних лабораторіях при здійсненні державного метрологічного нагляду та контролю.

Рассмотрена методология проведения межлабораторного эксперимента в измерительных лабораториях при осуществлении государственного метрологического надзора и контроля.

Considered taking methodology interlaboratory to experiment in measuring laboratories attached to realizable state metrological supervision and control.

Достовірність вимірювань залежить від багатьох факторів процесу вимірювань. Достовірність вимірювань особливо необхідна, коли неправильні вимірювання ведуть до соціально негативних наслідків. Важливою складовою уникнення цих наслідків є акредитація вимірювальних лабораторій, а результати вимірювань є правочинними за умови їх проведення в акредитованій лабораторії.

Загальна кількість акредитованих вимірювальних лабораторій на закріпленій за Львівським ДЦСМС зоні обслуговування становить близько 350 лабораторій, 95 % яких належать до сфери державного метрологічного нагляду (ДМН) [1].

Міжлабораторний експеримент при перевірці правильності виконання вимірювань, які виконуються вимірювальною лабораторією, має вирішальне значення як на етапі акредитації, так і під час здійснення контролю за акредитованими лабораторіями [2].

Для контролю за діяльністю акредитованих лабораторій (на етапі підготовки та у акредитаційному періоді) відповідно до п.3.11 ПМУ 18-2000 [3] відділом ДМН Львівського ДЦСМС розроблена програма міжлабораторного експерименту (МЛЕ) на основі контрольних проб, приготованих на базі стандартних зразків [4]. Державні стандартні зразки (ДСЗУ) складу розчинів (СЗСР) становлять досить значну групу, яка представлена в державному реєстрі засобів вимірювальної техніки, допущених до застосування в Україні. Наявність такого діапазону СЗСР дає змогу широко моделювати програму експерименту лабораторій, що виконують вимірювання у сфері поширення ДМН.

Програму МЛЕ випробувано протягом 1998-2000 рр. Викладена у цій статті методологія проведення МЛЕ не

дублює і не підміняє вимоги ПМУ 15-99 [5]. Одночасно слід зауважити, що ПМУ 15-99 не передбачає здійснення метрологічного експерименту як елемента державного метрологічного нагляду та контролю, що було досягнуто і ставилось за мету у цій статті.

Аналіз акредитованих лабораторій за 1999-2000 роки свідчить, що близько 28 % від загальної кількості становлять екологічні та лабораторії промсанітарії. Саме для цієї групи лабораторій проводився експеримент.

Основні цілі міжлабораторного експерименту:

- апробація схеми зовнішнього контролю якості вимірювань відповідно до вимог ISO/IEC керівн. 43;
- оцінка достовірності даних, що отримують лабораторії;
- перевірка технічної компетентності кожної лабораторії та її системи якості на прикладі типового показника контрольної лабораторії.

Відповідно до вимог ISO/IEC (керівн.43 [6]) результат міжлабораторного експерименту може вважатися прийнятним за умови участі в ньому не менше ніж 15 лабораторій.

В експерименті взяли участь 17 лабораторій.

Вимірювальні процедури експерименту, як правило, передбачають цілий ряд послідовних операцій:

- відбір проб і підготовка зразкової проби;
- підготовка аналітичної форми;
- градування апаратури;
- проведення вимірювань;
- обробка результатів;
- розрахунок концентрацій чи інформація про вміст певної речовини в пробі.

Для кількісної оцінки результатів було застосовано z – параметр, який був розрахований за формулою

$$z = \frac{(x_i - X)}{s}, \tag{1}$$

де x_i – результат учасника міжлабораторного експерименту (окремої лабораторії); X – задане значення вимірюваної величини зразкової проби; s – середньоквадратичне відхилення;

$$z = \frac{\sqrt{\sum (x_i - X)^2}}{n - 1}, \tag{2}$$

де n – кількість вимірювань (лабораторій-учасниць).

Відповідно до програми міжлабораторного експерименту z – параметр розраховувався для кожної лабораторії. Якщо значення $|z| \leq 2$, результат вважається задовільним, якщо $2 < |z| < 3$, результат розглядається як сумнівний; якщо $|z| \geq 3$, результат вважається незадовільним. На рис. 1–3: абсциса X – коди лабораторій; ордината Y – параметри контрольної проби, мг/дм³.

Статистична обробка результатів вимірювань вмісту контрольної проби порівняно з приписаним значенням (Z): $2 \leq |z| \leq 3$ – значення сумнівні; $|z| \leq 2$ – значення задовільні

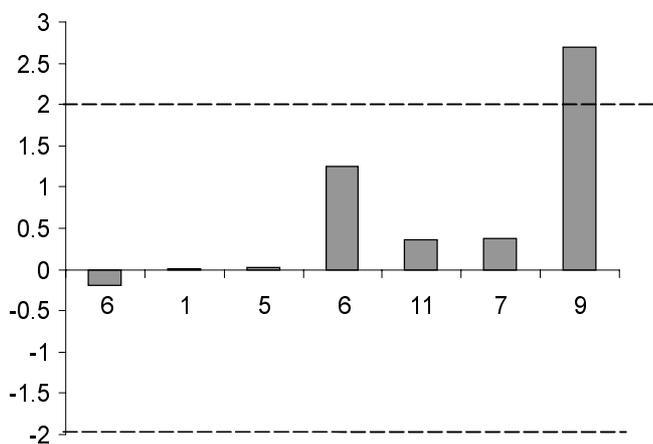


Рис. 1. Результати визначення вмісту контрольної проби хлорид-іонів (Cl)

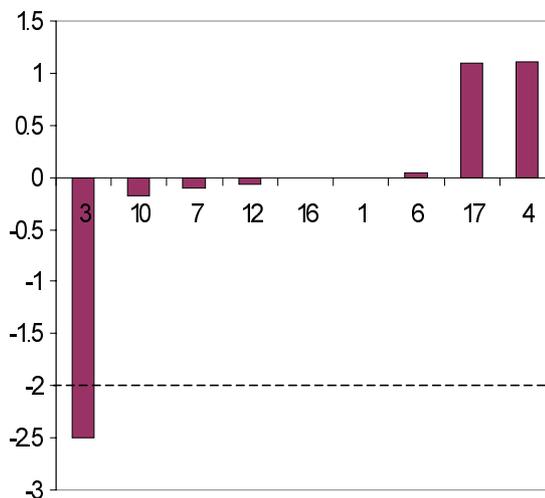


Рис. 2. Результат визначення вмісту нітрит-іонів (NO₂)

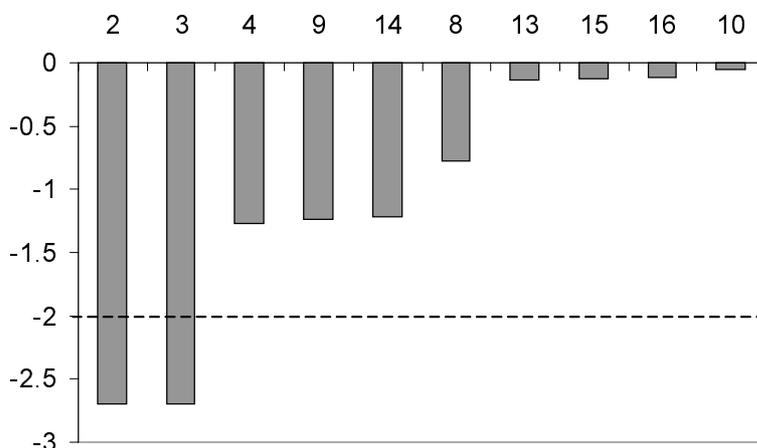


Рис. 3. Результат визначення вмісту заліза загального (Fe)

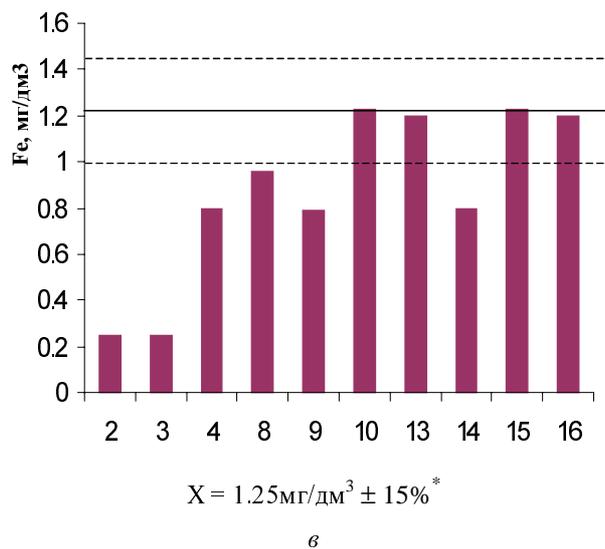
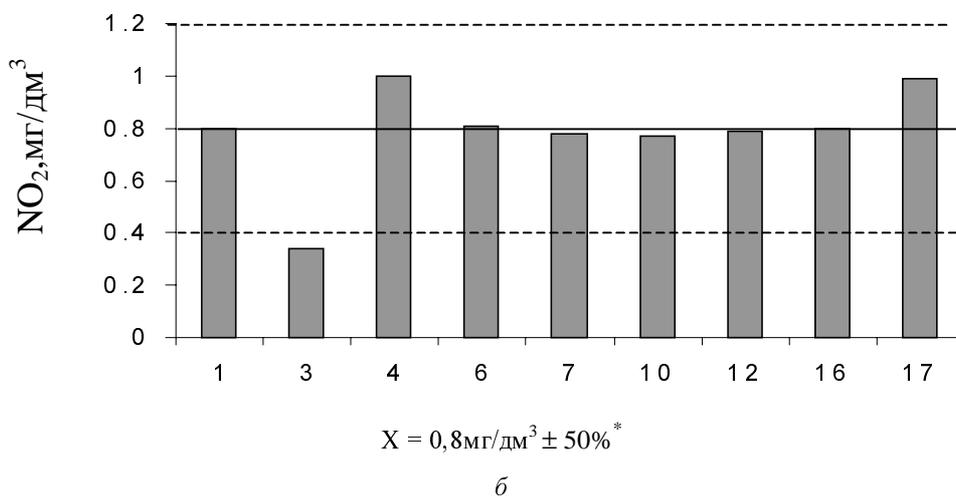
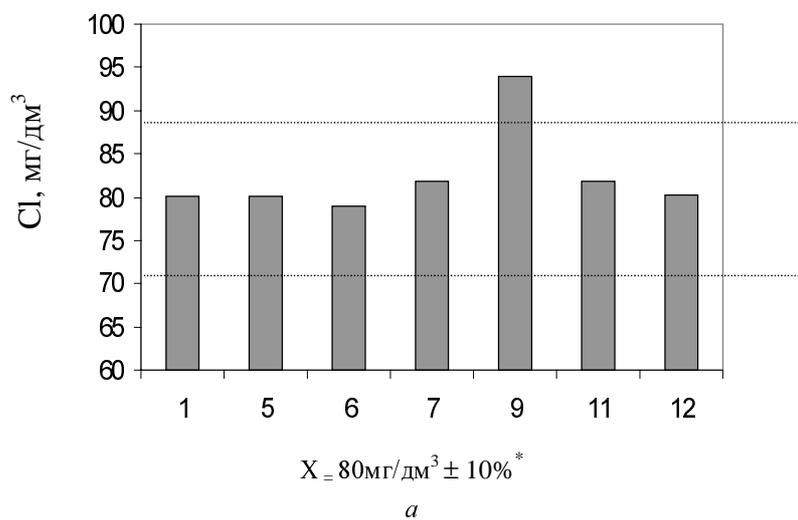


Рис. 4. Результати визначення вмісту контрольних проб

* $\pm \Delta$ – гранично допустиме відхилення, яке нормується методикою виконання вимірювань (МВВ).

Лабораторії №№ 2,3,4,8,9,14 вимоги міжлабораторного експерименту не виконали.

Вказаним лабораторіям на підставі акту ДМН згідно з п.7.3 ПМУ16-2000 [7] вноситься пропозиція щодо анулювання атестату акредитації на право проведення вимірювань.

Проведений аналіз дає змогу зробити такі висновки:

- проведення міжлабораторного експерименту слід вважати основним елементом робіт з акредитації вимірювальних лабораторій на етапі підготовки та в акредитаційному періоді;
- використання ДСЗУ під час експерименту дає змогу максимально охопити галузь акредитації вимірювальних лабораторій;
- підготовка проби з використанням ДСЗУ гарантує конфіденційність та об'єктивність вимірювань під час міжлабораторного експерименту.

1. Закон України "Про метрологію та метрологічну діяльність", №113/98-ВР від 11.02.1998 р. 2. Сидорко І.І. Проведення міжлабораторного експерименту як елемент здійснення державного метрологічного нагляду та контролю // Український метрологічний журнал. 2001. Вип.2. – С. 7-9. 3. Правила акредитації на право проведення метрологічних робіт (ПМУ18-2000), затверджені наказом Держстандарту України 04.12.00 р. за №687 та зареєстровані в Міністерстві юстиції України 12.03.01р. за №211/5402. 4. ГОСТ 8.315-97 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. 5. Інструкція про порядок перевірки точності результатів вимірювань у вимірювальних лабораторіях (ПМУ15-99), затверджена наказом Держстандарту України 12.08.99р. за №99, затверджена Мінюстом України 2.12.99р. за №833/4126. 6. ISO/IEC Guide 43-: 1997 Proficiency testing by interlaboratory comparisons/ – Part 2. Selection and use of proficiency testing schemes by laboratory accreditation bodies/. 7. Інструкція про порядок здійснення державного метрологічного нагляду за забезпеченням єдності вимірювань (ПМУ16-2000), затверджена наказом Держстандарту України 17.05.00р. за №315 та зареєстрована в Міністерстві юстиції України 05.07.00р. за №393/4514.

УДК 536.3

РОЗРАХУНОК ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ БАГАТОШАРОВИХ СТРУКТУР З ТЕПЛОВИМИ ДЖЕРЕЛАМИ НА ПОВЕРХНІ

© Тарас Винник, Віктор Засименко, Дмитро Федасюк, 2001

Національний університет "Львівська політехніка", кафедра "Метрологія, стандартизація і сертифікація",
вул. С. Бандери, 12, 79013, Львів, Україна

Наведено обґрунтування, алгоритм і математичну модель розподілу температури на поверхні за апіорно відомими залежностями випромінювальної здатності від температури.

Приводятся обоснования, алгоритм и математическая модель распределения температуры на поверхности за априорно известными зависимостями излучательной способности от температуры.

The grounding, algorithm and the mathematical model of the temperaturing area's distribution with aprior certain radiation emissivity are presented.

Вступ. Для вирішення ряду теплотехнічних задач конструювання і діагностики нагрівних приладів та елементів, а також метрологічних задач при вимірюванні і контролі температурних режимів важливе значення приділяється розрахунку температурних полів багатошарових структур [1, 2, 3].

Розподіл температури по поверхні такої структури, отриманий за допомогою тепловізора чи скануючого пірометра, як правило, подається в умовних значеннях температури. Введення поправок на випро-

мінювальну здатність є проблематичним, оскільки вона в загальному випадку є функцією від вимірюваної температури T і довжини хвилі. Якщо відсутня інформація про температуру, поправка здебільшого не усуває методичної похибки. В зв'язку з цим більшість тепловізорів не є засобами вимірювання всупереч стандарту на державну перевірочну схему [5]. Ця робота спрямована на вирішення проблеми вимірювання розподілу дійсних температур за наявності теплової картини інтенсивності випромінювання. Порівняння